

Perlakuan contoh air untuk analisis logam dengan spektrofotometer serapan atom (SSA)



Daftar isi

Daftar isi i

Pendahuluan ii

1 Ruang lingkup..... 1

2 Acuan normatif..... 1

3 Istilah dan definisi..... 1

4 Pengambilan contoh 1

5 Cara Perlakuan 1



Pendahuluan

Logam, baik yang terkandung dalam air alami maupun dalam air limbah, terdapat dalam berbagai bentuk, antara lain dikenal sebagai logam terlarut, tersuspensi dan terekstrasi.

Spektrofotometer Serapan Alam dikenal sebagai alat yang tepat untuk penentuan kadar logam dalam larutan.

Adanya berbagai bentuk logam dalam air, maka perlakuan khusus masing-masing bentuk logam perlu distandarkan.



Perlakuan contoh air untuk analisis logam dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, istilah dan defisi, prinsip, pengambilan contoh dan perlakuan contoh air untuk penentuan kadar logam total, logam terlarut, logam tersuspensi dan logam yang terekstrasi menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom secara langsung.

2 Acuan normatif

Standar ini disusun berdasarkan acuan sebagai berikut:

1979, *Methods for Chemical Analysis of Water and Waste Water*, U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio

3 Istilah dan definisi

3.1

logam terlarut

Logam yang lolos saringan 0,45 μm (berukuran - 0,45 μm)

3.2

logam tersuspensi

logam yang tersaring oleh saringan 0,45 μm (berukuran + 0,45 μm)

3.3

logam total

jumlah dari logam yang terlarut dan logam tersuspensi

3.4

logam dapat terekstrasi

campuran logam terlarut dengan logam yang terabsorpsi dalam bahan organik

4 Pengambilan contoh

Pengambilan contoh dilakukan sesuai dengan SNI 06-2421-1991.

5 Cara Perlakuan

5.1 Peralatan

- 1) gas piala 250 ml;
- 2) pipet volume (pipet gondok) 100 dan 50 ml;
- 3) Labu ukur 50 ml;
- 4) pelat pemanas;
- 5) kaca arloji;
- 6) penangas air;
- 7) corong analitik Ø 8 cm,
- 8) *membran Filter 0,45µm*.

5.2 Pereaksi

- 1) asam nitrat (HNO_3) p.a.;
- 2) asam klorida (HCl) p.a.;
- 3) larutan asam klorida (1:1).
Encerkan 50 ml HCl p.a. dengan 50 ml akuades.

5.3 Prosedur

5.3.1 Untuk penentuan kadar logam terlarut

- a) Saring contoh dengan *0,45µ: membran filter* pada saat pengambilannya, tampung filtratnya pada botol yang bersih.
- b) Tambahkan HNO_3 pekat sampai pH lebih kecil dari 2.
- c) Larutan siap untuk dianalisis

CATATAN : Untuk contoh air minurn, biasanya dilakukan pemekatan konsentrasi logam sampai 10 x dengan cara penguapan di atas penangas air.

5.3.2 Untuk penentuan kadar logam tersuspensi

- a) Gunakan contoh asli (tanpa penyaringan) yang pada saat pengambilannya telah diawetkan dengan HNO_3 sampai pH 2.
- b) Contoh yang diterima di laboratorium dikocok sampai serba sama dan ambil minimum 100 ml (catat volume contoh yang digunakan) dan saring dengan *membran filter 0,45 µm*
- c) Pindahkan *membran filter* yang berisi bahan tak tersaring ke dalam gelas piala 250 ml, tambahkan 3 ml HNO_3 pekat dan tutup dengan kaca arloji. Tempatkan di atas pelat pemanas dan panaskan perlahan-lahan sampai *membran filter* larut.
- d) Naikan suhu pelat pemanas dan panaskan sampai hampir kering.
- e) binginkan, tambahkan lagi 3 ml HNO_3 dan tutup gelas piala dengan kaca arloji dan panaskan kembali di atas pelat sampai hampir kering dan warna residu menjadi bening.
- f) Bila diperlukan butir d dapat diulangi.
- g) Tambahkan 5 ml HCl (1:1), tutup dengan kaca arloji dan panaskan dengan api kecil hingga seluruh residu larut kembali.

- h) Bilas dinding gelas piala dan kaca arloji dengan akuades dan saring larutan contoh dengan kertas saring Whatman No. 40 atau sejenis (untuk menghindarkan terjadinya penyumbatan *atomizer* oleh silikat atau senyawa lain yang tidak larut). Tampung hasil saringan (filtrat) ke dalam labu ukur 50 ml.
- i) Tambahkan akuades sampai tanda batas dan kocok sampai serba sama.
- j) Larutan siap untuk dianalisis.

5.3.3 Untuk penentuan kadar logam total

- a) Gunakan contoh asli (tanpa penyaringan) yang pada saat pengambilannya telah diawetkan dengan HNO_3 sampai pH 2.
- b) Contoh yang diterima di laboratorium dikocok sampai serba sama, kemudian pipet (50-100) ml dan masukkan ke dalam gelas piala.
- c) Tambahkan 5 ml HNO_3 . Tempatkan di atas pelat pemanas dan panaskan sampai hampir kering. Jaga jangan sampai mendidih.
- d) Dinginkan, tambahkan lagi 5 ml HNO_3 dan tutup gelas piala dengan kaca arloji dan panaskan kembali di atas pelat sampai hampir kering dan warna residu menjadi bening.
- e) Bila diperlukan butir d dapat diulangi.
- f) Tambahkan 1-2 ml HNO_3 (1:1), tutup dengan kaca arloji dan panaskan dengan api kecil hingga seluruh residu larut kembali.
- g) Bilas dinding gelas piala dan kaca arloji dengan akuades dan saring larutan contoh dengan kertas saring Whatman No. 40 atau sejenis (untuk menghindarkan terjadinya penyumbatan *atomizer* oleh silikat atau senyawa lain yang tidak larut). Tampung hasil saringan (filtrat) ke dalam labu ukur 50 ml.
- h) Tambahkan akuades sampai tanda batas dan kocok sampai serba sama.
- i) Larutan siap untuk dianalisis.

5.3.4 Untuk penentuan kadar logam yang dapat terekstraksi

- a) Gunakan contoh asli (tanpa penyaringan) yang pada saat pengambilannya telah diawetkan dengan HNO_3 sampai pH 2.
- b) Contoh yang diterima di laboratorium dikocok sampai serba sama, kemudian pipet 100 ml dan masukkan ke dalam gelas piala.
- c) Tambahkan 5 ml HCl . Tempatkan di atas pelat pemanas dan panaskan sampai volume 15-20 ml. Jaga jangan sampai mendidih.
- d) Dinginkan dan saring larutan contoh dengan kertas saring Whatman No. 41 atau sejenis (untuk menghindarkan terjadinya penyumbatan *atomizer* oleh silikat atau senyawa lain yang tidak larut). Tampung hasil saringan (filtrat) ke dalam labu ukur 50 ml.
- e) Tambahkan akuades sampai tanda batas dan kocok sampai serba sama.
- f) Larutan siap untuk dianalisis.











BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id